# **Prior Art:**

**Publication No.: WO 2004/035646** 

#### **International Search Report:**

#### WO 00/63266 A

The invention relates to a polymer which can be obtained in a multi-stage polymerisation process. In a first stage of said process, polymerisation is carried out in the aqueous phase of at least one ethylenically monofunctional compound, optionally with at least one ethylenically difunctional or multifunctional compound in the presence of a polyesterpolyol, polyurethane and/or a polyacrylate. The resulting product is subsequently reacted with a cross-linking agent. The invention also relates to the utilisation of said polymer.

#### **DE 3606513 A**

The invention relates to dispersions of crosslinked polymer micro-particles in aqueous media, which have been prepared: (1) (a) by dispersing a mixture of the components (A) and (B) in an aqueous medium, the component (A) being composed of one or more polyester-polyols containing at least 2 hydroxyl groups, and the component (B) being composed of one or more polyisocyanate compounds in which the isocyanate groups are at least partially in the masked form, and the components (A) and/or (B) having available a number of ionic groups, preferably carboxylate groups, sufficient to form a stable dispersion, and at least one part of the components (A) and/or (B) containing more than 2 hydroxyl or optionally masked isocyanate, respectively, groups per molecule and (2) (b) by subsequently heating the dispersion thus obtained to a temperature sufficiently high for the components (A) and (B) to react to form crosslinked polymer micro-particles.

#### **DE 19548030 A**

The invention relates to a method for coating textiles and/or leather with an aqueous dispersion comprising (A) a mixture of (i) a urethane-containing blocked NCO prepolymer having a number average molecular weight of 2000 to 10,000, a content of blocked isocyanate groups (calculated as NCO) of 0.5 to 5 wt. %, an ethoxy group content of 2 to 50 wt. %, an ionic group content of 5 to 30 meq per 100 g of the prepolymer, and (ii) a polyamine having (cyclo)aliphatically bonded primary and/or secondary amino groups, wherein the equivalent ratio of blocked NCO groups of component (i) to amino groups of component (ii) is 1:0.9 to 1:1.2, and (B) an aqueous phase.

## EP 0802244 A

A process for the production of water-dilutable paint with improved gloss and flow, containing (a) a binder preferably consisting of at least one polyurethane (PU), polyester, epoxy or acrylated PU resin, microgel or polyacrylate resin (except for latices), or a mixture of two or more such binders, and (b) optionally at least one crosslinker, preferably amino resin(s) or blocked isocyanate(s). The process comprises adding (c) cyclodextrin (CD) to the paint. Also claimed is (i) water- dilutable paint for the production of coatings with improved gloss and

flow, containing components (a), (b) and also (c); (ii) a process for painting car bodies by coating successively with an electrophoretic primer, a filler coat consisting of the above paint, and one or two topcoats, and stoving successively in several stages.

# **International Preliminary Examination Report:**

# WO 00/63266 A

Abstract please see above.

# **DE 3606513 A**

Abstract please see above.

# **DE 19548030 A**

Abstract please see above.

### EP 0802244 A

Abstract please see above.



**Europäisches Patentamt** 

**European Patent Office** 

Office européen des brevets



(11) EP 0 802 244 A1

(12)

#### **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

- (43) Veröffentlichungstag: 22.10.1997 Patentblatt 1997/43
- (21) Anmeldenummer: 97106559.4
- (22) Anmeldetag: 21.04.1997

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>: **C09D 7/06**, C09D 201/00, C09D 105/16, C09D 7/12, C09D 5/02, C09D 175/04

- (84) Benannte Vertragsstaaten: DE ES FR GB IT
- (30) Priorität: 19.04.1996 DE 19615494
- (71) Anmelder: BASF Lacke + Farben AG 48165 Münster-Hiltrup (DE)
- (72) Erfinder:
  - Wegner, Egon 48143 Münster (DE)

- · Stein, Ralf
- 48153 Münster (DE)
- Gross, Lutz-Werner 45721 Haltern (DE)
- (74) Vertreter: Fitzner, Uwe, Dr. et al Kaiserswerther Strasse 74 40878 Ratingen (DE)
- (54) Verfahren zur Verbesserung des Glanzes und des Verlaufes von Lacken
- (57) Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren Verfahren zur Herstellung eines wasserverdünnbaren Lacks mit verbessertem Glanz und Verlauf enthaltend
  - a) als Bindemittel vorzugsweise wenigstens ein wasserverdunnbares Polyurethanharz, Polyesterharz, Epoxidharz, acryliertes Polyurethanharz, Mikrogele oder Polyacrylatharz, ausgenommen Latices, oder ein Gemisch zweier oder mehrerer dieser Bindemittel und
  - b) ggfs. wenigstens einem Vernetzer, vorzusweise Aminoplastharze oder blockierte Isocyanate, wobei dem Lack Cyclodextrin zugesetzt wird.

Als Bindemittel sind demgemäß sowohl veredelte Naturprodukte, z.B. aus Kolophonium und Ölen oder Cellulosenitraten als auch vollsynthetisch aufgebaute Harze verwendbar. Zu letzteren zählen u.a. Phenolharze, Aminharze (z.B. Harnstoff-, Melaminharze), Alkydharze, Polyvinylacetate, Epoxidharze, Polyurethanharze, Polyesterharze, mit Kolophonium modifizierte Phenolharze, Chlorkautschuke, chloriertes Polypropylen, Cyclokautschuke, Ketonharze und Acrylatharze.

Insbesondere werden als Bindemittel wasserverdünnbare bzw. wasserdispergierbare und in organischer Lösung darstellbare Polyurethanharze, Polyacrylatharze, Polyesterharze und Aminoplastharze sowie deren Mischungen eingesetzt.

Die als Bindemittel eingesetzten Polyacrylatharze sind ebenfalls bekannt und beispielsweise in DE-OS 3832826 beschrieben. Geeignet sind allgemeine wasserverdünnbare bzw. wasserdispergierbare Polyacrylatharze, die sich in Form organischer Lösungen darstellen lassen.

Als Bindemittel geeignet sind auch wasserverdünnbare bzw. wasserdispergierbare und in Form organischer Lösungen darstellbare Polyesterharze. Eingesetzt werden beispielsweise entsprechende handelsübliche wasserverdünnbare bzw. wasserdispergierbare Polyesterharze sowie die überlicherweise in Wasserbasislacken eingesetzten Polyesterharze.

Als Bindemittel sind auch wasserverdünnbare bzw. wasserdispergierbare Aminoplastharze geeignet. Bevorzugt werden wasserverdünnbare Melaminharze eingesetzt. Es handelt sich hierbei im allgemeinen um veretherte Melamin-Formaldehyd-Kondensationsprodukte.

Die Wasserlöslichkeit der Aminoplastharze hängt - abgesehen vom Kondensationsgrad, der möglichst gering sein soll - von der Veretherungskomponente ab, wobei nur die niedrigsten Glieder der Alkohol bzw. Ethylenglykolmonoetherreihe wasserlösliche Kondensate ergeben. Die größte Bedeutung haben die mit Methanol veretherten Melaminharze. Bei Verwendung von Lösungsvermittlern können auch butanolveretherte Melaminharze in wäßriger Phase dispergiert werden. Es besteht auch die Möglichkeit, Carboxylgruppen in das Kondensat einzufügen. Umetherungsprodukte hochveretherter Formaldehydkondensate mit Oxycarbonsäuren sind über ihre Carboxylgruppen nach Neutralisation wasserlöslich und können in den Basisfarben enthalten sein.

Die als Bindemittel eingesetzten Polyurethanharze sind prinzipiell bekannt. Geeignet sind beispielsweise die in der Literatur für den Einsatz in Wasserbasislacken beschriebenen Polyurethanharze, sofern diese Polyurethanharze - in Abwandlung der in der jeweiligen Literatur beschriebenen Herstellung - in Form organischer Lösungen darstellbar sind. Beispiele für geeignete Polyurethanharze sind die in den folgenden Schriften beschriebenen Harze:

EP-A-355433, DE-OS 3545618, DE-OS 3813866 sowie die noch nicht veröffentliche deutsche Patentanmeldung DE 4005961.8.

Bezüglich näherer Einzelheiten der Herstellung der Polyurethanharze und Beispiele geeigneter Verbindungen sei daher auf diese Schriften verwiesen.

Als Bindemittel können selbstverständlich auch Mischungen der genannten Bindemittel sowie zusätzlich oder alleine andere wasserverdünnbare bzw. wasserdispergierbare Bindemittel eingesetzt werden.

In einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird ein Polyurethanharz eingesetzt, das herstellbar ist, indem

- a) in einer ersten Stufe ein isocyanatgruppenhaltiges Präpolymer (I) hergestellt, und
- b) in einer zweiten Stufe ein Teil der in dem Präpolymer (I) enthaltenen freien Isocyanatgruppen mit einem Blockierungsmittel oder einer Mischung aus Blockierungsmitteln umgesetzt werden, so daß ein blockiertes Isocyanatgruppen enthaltendes Präpolymer (II) entsteht.

Im einzelnen ist das wasserverdünnbare Polyurethanharz herstellbar, indem in einer ersten Stufe

- a) ein Polyisocyanat oder ein Gemisch aus Polyisocyanaten und
- b) eine Verbindung, die mindestens eine gegenüber Isocyanatgruppen reaktive und mindestens eine zur Anionenbildung befähigte saure Gruppe im Molekül aufweist oder ein Gemisch aus solchen Verbindungen und
- c) gegebenenfalls ein Polyester- und/oder Polyetherpolyol mit einem zahlenmittleren Molekulargewicht von 400 bis 5000 oder ein Gemisch aus solchen Polyester- und/oder Polyetherpolyolen und
- d) gegebenfalls ein Polyol mit einem zahlenmittleren Molekulargewicht von 60 bis 399 oder ein Gemisch aus solchen Polyolen

zu einem isocyanatgruppenhaltigen Präpolymeren (I) umgesetzt werden, wobei die Komponenten (a), (b), (c) und (d) in einem solchen Mengenverhältnis miteinander umgesetzt werden, daß die Isocyanatgruppen und die gegenüber Isocyanatgruppen reaktiven Gruppen in einem Äquivalentverhältnis von 1,04:1,00 bis 10,00:1,00 vorliegen und das aus (a), (b), (c), (d), (e), (f) und (g) hergestellte Polyurethanharz eine Säurezahl von 18 bis 70 aufweist, in einer zweiten

5

35

40

45

50

55

#### EP 0 802 244 A1

oder bevorzugt eine Alkylolgruppe sein. Diese Alkansäuren haben mindestens eine, im allgemeinen 1 bis 3 Carboxylgruppen im Molekül. Sie haben zwei bis etwa 25, vorzugsweise 3 bis 10 Kohlenwasserstoffatome. Beispiele für die Komponente (b) sind Dihydroxypropionsäure, Dihydroxybernsteinsäure und Dihydroxybenzoesäure. Eine besonders bevorzugte Gruppe von Alkansäuren sind die \_\_\_\_-Dimethylolalkansäuren der allgemeinen Formel R<sup>4</sup>-C(CH<sub>2</sub>OH)<sub>2</sub>COOH, wobei R<sup>4</sup> für ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe mit bis zu etwa 20 Kohlenstoffatomen steht. Beispiele für solche Verbindungen sind 2,2-Dimethylolessigsäure, 2,2-Dimethylolpropionsäure, 2,2 Dimethylolpotensäure. Die bevorzugte Dihydroxyalkansäure ist 2,2 Dimethylolpropionsäure. Aminogruppenhaltige Verbindungen sind beispielsweise 2,5-Diaminovaleriansäure, 3,4-Diaminobezoesäure, 2,4-Diaminotoluolsulfonsäure und 2,4-Diaminodiphenylethersulfonsäure.

Als Komponente (c) können gesättigte und ungesättige Polyester- und/oder Polyetherpolyole, insbesondere Polyester- und/oder Polyetherdiole mit einem zahlenmittleren Molekulargewicht von 400 bis 5000 eingesetzt werden. Geeignete Polyetherdiole sind z.B. Polyetherdiole der allgemeinen Formel H(-0-(CHR $^1$ )<sub>n</sub>-)mOH, wobei R $^1$  = Wasserstoff oder ein niedriger, gegebenenfalls substituierter Alkylrest ist, n = 2 bis 6, bevorzugt 3 bis 4 und m = 2 bis 100, bevorzugt 5 bis 50 ist. Als Beispiele werden lineare oder verzweigte Polyetherdiole wie Poly(oxyethylen)glykole, Poly(oxypropylen)glykole und Poly(oxybutylen)glykole genannt. Die ausgewählten Polyetherdiole sollen keine übermäßigen Mengen an Ethergruppen einbringen, weil sonst die gebildeten Polymere in Wasser anquellen. Die bevorzugten Polyetherdiole sind Poly(oxypropylen)glykole im zahlenmittleren Molmassenbereich Mn von 400 bis 3000.

Polyesterdiole werden durch Veresterung von organischen Dicarbonsäuren oder ihren Anhydriden mit organischen Diolen hergestellt oder leiten sich von einer Hydroxycarbonsäure oder einem Lacton ab. Um verzweigte Polyesterpolyole herzustellen, können in geringem Umfang Polyole oder Polycarbonsäuren mit einer höheren Wertigkeit eingesetzt werden. Die Dicarbonsäuren und Diole können lineare oder verzweigte aliphatische, cycloaliphatische oder aromatische Dicarbonsäuren oder Diole sein.

Die zur Herstellung der Polyester verwendeten Diole bestehen beispielsweise aus Alkylenglykolen, wie Ethylenglykol, Propylenglykol, Butylenglykol, Butandiol-1,4, Hexandiol-1,6, Neopentylglykol und anderen Diolen, wie Dimethylolcyclohexan. Es können jedoch auch kleine Mengen an Polyolen, wie Trimethylolpropan, Glycerin und Pentaerythrit, zugesetzt werden. Die Säurekomponente des Polyesters besteht in erster Linie aus niedermolekularen Dicarbonsäuren oder ihren Anhydriden mit 2 bis 44, bevorzugt 4 bis 36 Kohlenstoffen im Molekül. Geeignete Säuren sind beispielsweise o-Phthalsäure, Isophthalsäure, Terephthalsäure, Tetrahydrophthalsäure, Cyclohexandicarbonsäure, Bernsteinsäure, Isododecyl-bernsteinsäure, Adipinsäure, Azealinsäure, Sebazinsäure, Maleinsäure, Fumarsäure, Glutarsäure, Hexachlorheptandicarbonsäure, Tetrachlorphthalsäure und/oder dimerisierte Fettsäuren. Anstelle dieser Säure können auch ihre Anhydride, soweit diese existieren, verwendet werden. Bei der Bildung von Polyesterpolyolen können auch kleinere Mengen an Carbonsäuren mit 3 oder mehr Carboxylgruppen, beispielsweise Trimellithsäureanhydrid oder Addukte von Maleinsäureanhydrid an ungesättigte Fettsäuren anwesend sein.

Es können Polyesterdiole eingesetzt werden, die durch Umsetzung eines Lactons mit einem Diol erhalten werden. Sie zeichnen sich durch die Gegenwart von endständigen Hydroxylgruppen und wiederkehrenden Polyesteranteilen der Formel (-CO-(CHR²) $_n$ -CH $_2$ -0) aus. Hierbei ist n bevorzugt 4 bis 6 und der Sustituent R² = Wasserstoff, ein Alkyl-, Cycloalkyl- oder Alkoxy-Rest. Kein Substituent enthält mehr als 12 Kohlenstoffatome. Die gesamte Anzahl der Kohlenstoffatome im Substituenten übersteigt 12 pro Lactonring nicht. Beispiele hierfür sind Hydroxycapronsäure, Hydroxybuttersäure, Hydroxydecansäure und/oder Hydroxystearinsäure.

Für die Herstellung der Polyesterdiole wird das unsubstituierte -Caprolacton, bei dem n den Wert 4 hat und alle R<sup>2</sup>-Substituenten Wasserstoff sind, bevorzugt. Die Umsetzung mit Lacton wird durch niedermolekulare Polyole wie Ethylenglykol, 1,3-Propandiol, 1,4-Butandiol, Dimethylolcyclohexan gestartet. Es können jedoch auch andere Reaktionskomponenten, wie Ethylendiamin, Alkyldialkanolamine oder auch Harnstoff mit Caprolacton umgesetzt werden.

Als Komponente (d) können beispielsweise Polyole wie Ethylenglykol, Diethylenglykol, Triethylenglykol, 1,2-Propandiol, 1,3-Propandiol, 1,4-Butandiol, 1,2-Butylenglykol, 1,6-Hexandiol, Trimethylolpropan, Ricinusöl oder hydriertes Ricinusöl, Di-trimethylolpropanether, Pentaerythtrit, 1,2-Cyclohexandiol, 1,4-Cyclohexandimethanol, Bisphenol A, Bisphenol F, Neopentylglykol, Hydroxypivalinsäureneopentylglykolester, hydroxyethyliertes oder hydroxypropyliertes Bisphenol A, hydriertes Bisphenol A und deren Mischungen eingesetzt werden. Die Polyole werden im allgemeinen in Mengen von 0 bis 30 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0 bis 20 Gewichtsprozent, bezogen auf die eingesetzte Menge an Komponente (c) und (d) eingesetzt.

In einer zweiten Stufe wird ein Teil der im Präpolymeren (I) enthaltenen freien Isocyanatgtuppen mit

e) einem Blockierungsmittel oder einer Mischung aus Blockierungsmitteln

umgesetzt, so daß ein blockierte Isocyanatgruppen enthaltendes Präpolymer (II) entsteht, wobei die Komponente (e) in einer solchen Menge eingesetzt wird, daß das Präpolymer (II) im statistischen Mittel mindestens noch eine freie Isocyanatgruppe pro Molekül enthält.

Die Umsetzung des Präpolymeren (I) mit der Komponente (e) wird nach den gut bekannten Verfahren der Polyurethanchemie, vorzugsweise in einem organischen Lösemittel durchgeführt.

10

35

#### EP 0 802 244 A1

bindemittel (wobei unter Bindemittel sowohl "Hauptbindemittel" als auch "Vernetzungsmittel" verstanden werden), werden beispielsweise in folgenden Patentdokumenten offenbart: DE-A-40 05 961, EP-A-330 139, EP-A-339 433 und DE-A-33 18 595. Es ist bevorzugt, daß die erfindungsgemäßen wäßrigen Lacke neben dem erfindungsgemäß eingesetzten wasserverdunnbaren Polyurethanharz noch ein wasserverdunnbares Polyesterharz und ggf. zusätzlich ein Aminoplastharz enthalten.

Das vorzugsweise verwendbare wasserverdünnbare Polyurethanharz wird bevorzugt in einer Menge von 30 bis 70, vorzugsweise 30 bis 60 Gew.-%, das wasserverdünnbare Polyesterharz in einer Menge von 15 bis 60, vorzugsweise 30 bis 60 Gew.-% und das Aminoplastharz in einer Menge von 5 bis 35, vorzugsweise 5 bis 25 Gew.-% eingesetzt, wobei die Gew.-%-Angaben auf die Gesamtmenge an wasserverdünnbarem Polyurethanharz, wasserverdünnbarem Polyesterharz und Aminoplastharz = 100 Gew.-% bezogen sind. Als Aminoplastharze werden Melamin- und/oder Benzoguanaminharze verwendet. Derartige Harze sind für die Lackherstellung üblich und in großer Auswahl auf dem Markt erhältlich.

Der Fachmann kann unter Verwendung der oben beschriebenen Bindemittel unter Zuhilfenahme seines Fachwissens wäßrige Lacke formulieren, die zur Herstellung von Füllerschichten bei der Automobillackierung geeignet sind und die oben beschriebenen Vorteile aufweisen, d.h. bei Einsatz von cyclodextrinen nicht mehr zur Kraterbildung neigen.

Die erfindungsgemäßen Überzugsmittel können übliche Zusätze wie Lösungsmittel, Füllstoffe, Weichmacher, Stabilisatoren, Netzmittel, Dispergierhilfsmittel, Verlaufsmittel, Entschäumer und Katalysatoren, sowie Additive einzeln oder im Gemisch in den üblichen Mengen enthalten. Diese Substanzen können den Einzelkomponenten und/oder der Gesamtmischung zugesetzt werden.

Geeignete Füllstoffe sind z.B. Talkum, Glimmer, Kaolin, Kreide, Quarzmehl, Asbestmehl, Schiefermehl, Bariumsulfat, verschiedene Kieselsäuren, Silikate, Glasfasern, organische Fasern oder dergleichen.

Die erfindungsgemäßen Überzugsmittel können neben Wasser die üblichen Lösungsmittel, beispielsweise aliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffe, ein- oder mehrwertige Alkohole, Ether, Ester, Glykolether sowie deren Ester, Ketone wie z.B. Toluol, Xylol, Butanol, Ethyl- oder Butylglykol (= Ethylenglykolmonoethyl- oder -Butylether) sowie deren Acetate, Butyldiglykol (Ethylenglykoldibutylether), Ethylenglykoldimethylether, Diethylenglykoldimethylether, Cyclohexanon, Methylethylketon, Aceton, Isophoron oder Mischungen davon entalten.

Weiterhin können den erfindungsgemäßen Lacken vernetzte polymere Mikroteilchen, wie sie z.B. in der EP-A-38 127 offenbart sind und/oder übliche anorganische oder organische Additive zugesetzt werden. So wirken als Verdicker beispielsweise wasserlösliche Celluloseether, wie Hydroxyethylcellulose, Methylcellulose oder Carboxymethylcellulose sowie synthetische Polymere mit ionischen und/oder assoziativ wirkenden Gruppen, wie Polyvinylalkohol, Poly(meth)acrylsäure, Polyvinylpyrrolidon, Styrol-Maleinsäureanhydrid oder Ethylen-Maleinsäureanhydrid-Copolymere und ihre Derivate oder auch hydrophob modifzierte ethoxylierte Piperidin und Triethanolamin verwendet. Besonders bevorzugt werden tertiäre Amine als Neutralisationsmittel eingesetzt, insbesondere Dimethylethanolamin, Triethylamin, Tripropylamin und Tributylamin.

Die erfindungsgemäßen Beschichtungszusammensetzungen können alle bekannten und in der Lackindustrie üblichen Pigmente oder Farbstoffe enthalten.

Die bereitgestellten wäßrigen Lacke können in jedem Verfahren zur Lackierung von Automobilkarosserien, bei dem eine Elektrotauchlackschicht, eine Füllerschicht und ein oder zwei Decklackschichten übereinanderlackiert und in mehreren Einbrennschritten nacheinander eingebrannt werden, zur Herstellung der Füllerschicht eingesetzt werden. Die mit den erfindungsgemäßen wäßrigen Lacken hergestellten Füllerschichten zeichnen sich nicht nur dadurch aus, daß sie nicht zur Kraterbildung neigen, sondern sie haben auch gute mechanisch-technologische Eigenschaften sowie guten Eigenschaften als Substrate für die Verklebung von Fensterscheiben in Automobilkarosserien.

Die beschriebenen erfindungsgemäßen Lacke können nach an sich bekannten Methoden, beispielsweise durch Spritzen, Streichen, Tauchen, Fluten, Rakeln oder Walzen auf beliebige Substrate, wie z.B. Metalle, Kunststoffe, Holzoder Glas, appliziert werden. Sie werden vorzugsweise durch Spritzen zur Herstellung von Füllerschichten bei der Automobillackierung eingesetzt.

Die Erfindung wird in den folgenden Beispielen näher erläutert. Alle Angaben über Teile und Prozentsätze sind Gewichtsangaben, falls nicht ausdrücklich etwas anderes angegeben wird.

#### o Beispiele

35

Beschrieben wird hier der Einsatz von Cyclodextrin am Beispiel eines schwarzen Wasserfüllers. Cyclodextrin kann aber auch in anderen Wasserlacken wie zB UNI-Wasserbasislack eingesetzt werden.

# Herstellung einer wasserverdünnbaren Polyurethandispersion

In einen trockenen Reaktionskessel mit Thermometer und Rückflußkühler werden unter Stickstoff 383,6g einer 73%igen Lösung eines Polyesterpolyols mit einer Säurezahl von 3,5 bis 4,0, hergestellt aus 39,5 Gew.-Teilen dimerisierter Fettsäure (Pripol 1013, Hersteller: Unichema) 21,7 Gew.-Teilen Hexandiol-1,6 und 11,7 Gew.-Teilen Isophthal-

#### EP 0 802 244 A1

Tabelle 1

	Lack 1	Lack 2	Lack 3	Lack 4	Lack 5
Polyesterdispersion	23,1	23,1	23,1	23,1	23,1
deionisiertes Wasser	8,33	8,3	8,3	8,3	8,3
Antischlaummittel	0,9	0,9	0,9	0.9	0,9
Polyurethandispersion	26,9	26,9	26,9	26,9	26,9
Butyldiglykol	- 1,0	1,03	1,0	1,0	1,0
Sicomixschwarz 6190	4,9	4,9	4,9	4,9	4,9
Bariumsulfat	16,8	16,8	16,8	16,8	16,8
Talkum	3,0	3,0	3,0	3.0	3,0
Flammruß	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Dispergiermischung	86,9	86,9	86,9	86,9	86,9
blockiertes Isocyanat	7,9	7,9	7,9	7,9	7,9
Melaminharz	3,3	3,3	3,3	3,3	3,3
ByketolWS= Verlaufsmittel	1,9	1,9	1,9	1,9	1,9
Methy-Beta-Cyclodextrin	0,0	1,0	2,5	5,0	10,0

Lack 1 bis 5 = Lacke mit unterschiedlicher Menge Methyl-Beta-Cyclodextrin.

5

10

15

20

25

30

35

45

50

55

Lack 3 wird anstatt mit 2,5 Gew.-Teilen Methyl-Beta-Cyclodextrin mit 2,9 Gew.-Teilen Polyesterdispersion (= 1,2 Gew.-Teile Feststoff) und 3,4 Gew.-Teilen Polyurethandispersion (= 1,3 Gew.-Teile Feststoff) versetzt.

# Applikation und Prüfung der wäßrigen Lacke

Die in Tabelle 1 beschriebenen wäßrigen Lacke werden mit einer Fließbecherpistole (Düsenöffnung 1,2 mm; Luftdruck 4,5 bar) in zwei Kreuzgängen auf mit einer handelsüblichen Elektrotauchlackierung beschichtete phosphatierte Stahlbleche gespritzt. Die Applikation erfolgte bei einer Lufttemperatur von 23°C und einer relativen Luftfeuchte von 60%. Die beschichteten Tafeln wurden 10 min bei 23°C und anschließend 10 min bei 80°C in einem Umluftofen liegend abgelüftet und dann 25 min bei 155°C eingebrannt, abgekühlt und der Glanz unter einem Winkel von 60° nach DIN 67530 bestimmt.

Mit steigender Menge an Methyl-Beta-Cyclodextrin nimmt der Glanz zu (Tabelle 2).

Tabelle 2

Lack	1	2	3	4	5	6 (Vergleich)
Note	45	55	67	74	82	48

Mit steigender Menge an Methyl-Beta-Cyclodextrin nimmt der Glanz zu. Die Glanzerhöhung kann nicht durch eine einfache Erhöhung der Bindemittelmenge erzielt werden (vergleiche Lack 3 und 6).

#### Patentansprüche

- 1. Verfahren zur Herstellung eines wasserverdunnbaren Lacks mit verbessertem Glanz und Verlauf enthaltend
  - a) als Bindemittel vorzugsweise wenigstens ein wasserverdünnbares Polyurethanharz, Polyesterharz, Epoxidharz, acryliertes Polyurethanharz, Mikrogele oder Polyacrylatharz, ausgenommen Latices, oder ein Gemisch

Lack 6 (= Vergleichsbeispiel):

#### EP 0 802 244 A1



# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung EP 97 10 6559

Categorie X	DE 44 34 584 A (HERE 1996 Seite 2, Zeile 58 Seite 3, Zeile 39 Seite 3, Zeile 55	ERTS GMBH) 4.April - Zeile 68 * - Zeile 40 *	Betrifft Anspruch		
	1996 • Seite 2, Zeile 58 • Seite 3, Zeile 39 • Seite 3, Zeile 55	- Zeile 68 * - Zeile 40 *	1-6,8-10		
A	* Seite 4, Zeile 1 -	- Zeile 65 * Zeile 13 *		C09D201/00 C09D105/16 C09D7/12 C09D5/02 C09D175/04	
	US 5 177 129 A (BOBO 5.Januar 1993 • Spalte 2, Zeile 14 Beispiel 1 *	JR WILLIAM S) - Spalte 3, Zeile 18	1-6		
A,D	1991	1 & HAAS) 11.Dezember			
				RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6)	
			C09D		
		•			
i					
Der	vorliegende Recherchenbericht wurd	le für alle Patentansprüche erstellt			
	Recherchemort	Abschließdatum der Recherche		Prufer	
			i 1997 Miller, A		
Y: v	KATEGORIE DER GENANNTEN I on besonderer Bedeutung allein betrach on besonderer Bedeutung in Verbindun, inderen Veröffentlichung derselben Kate echnologischer Hintergrund	E: älteres Pate nach dem A mit einer D: in der Anme porie L: aus andern	ntdokument, das jet nmeldedatum veröff eldung angeführtes Gründen angeführte	entlicht worden ist Dokument	